

1/9/1

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI

(c) 2006 The Thomson Corp. All rts. reserv.

009242575 **Image available**

WPI Acc No: 1992-369993/199245

XRPX Acc No: N92-282140

Wideband frequency synthesiser television receiver - has microcomputer with RF-AG voltage information and picture quality control information to

permit good image even if dispersion of receiver characteristic is large

between channels NoAbstract

Patent Assignee: MITSUBISHI ELECTRIC CORP (MITQ)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 4271585	A	19920928	JP 9132593	A	19910227	199245 B

Priority Applications (No Type Date): JP 9132593 A 19910227

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 4271585	A		3	H04N-005/44	

Title Terms: WIDEBAND; FREQUENCY; SYNTHESISER; TELEVISION; RECEIVE; MICROCOMPUTER; RF; VOLTAGE; INFORMATION; PICTURE; QUALITY; CONTROL; INFORMATION; PERMIT; IMAGE; EVEN; DISPERSE; RECEIVE; CHARACTERISTIC; CHANNEL; NOABSTRACT

Derwent Class: W03

International Patent Class (Main): H04N-005/44

International Patent Class (Additional): H04N-007/16

File Segment: EPI

Manual Codes (EPI/S-X): W03-A02A

?

BEST AVAILABLE COPY

2/9/1

DIALOG(R) File 351:Derwent WPI

(c) 2006 The Thomson Corp. All rts. reserv.

003689698

WPI Acc No: 1983-49676K/198321

XRAM Acc No: C83-048267

XRPX Acc No: N83-089706

Joint prepn. from UV-and anaerobically curing compsn. - comprising pref.

acrylic ester monomer, UV and free radical initiators

Patent Assignee: LOCTITE CORP (LOCT)

Inventor: BOLGER B J; MARTIN F R

Number of Countries: 007 Number of Patents: 009

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
FR 2514849	A	19830422				198321 B
AU 8175657	A	19830331				198321
GB 2111515	A	19830706	GB 8136352	A	19811202	198327
DE 3200659	A	19830721				198330
JP 58104976	A	19830622				198331
GB 2111515	B	19850807				198532
CA 1224183	A	19870714				198732
IT 1171601	B	19870610				199005
JP 91032593	B	19910513	JP 81202355	A	19811215	199123 N

Priority Applications (No Type Date): FR 8119743 A 19811021; GB 8136352 A

19811202

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
FR 2514849	A		23		

Abstract (Basic): FR 2514849 A

A joint is prep'd. by (a) applying a UV-hardenable fluid contg. a UV initiator and a peroxy initiator on at least one of the 2 surfaces to be joined, (b) partially hardening the fluid layer with UV to form a tacky surface, (c) placing the partly hardened layer in contact with the other surface and (d) hardening anaerobically the fluid layer to seal the interfaces. Pref. the UV hardenable fluid is a compsn. contg. a polymerisable acrylic acid ester monomer.

The process is e.g. for joining metal parts. Anaerobic joints are obtd. which may be stored in situ on the metal parts and which are formed in series by high speed techniques on whatever shapes or sizes of metal parts. A strong joint is obtd. which is not disturbed during storage and handling.

Abstract (Equivalent): GB 2111515 B

A method of forming a gasket which comprises (a) applying a layer

of a UV-curable fluid comprising at least one polymerisable
acrylate
ester monomer, a UV initiator and a peroxy initiator to at least
one of
two faying interfaces; (b) causing the layer to partially cure by
exposing it to an effective amount of UV radiation, to obtain a
greasy
and/or tacky surface; (c) placing the partially cured layer in
contact
with the other faying interface; and (d) allowing said layer of
partially cured fluid to further cure anaerobically, thereby
sealing
the faying interfaces together.

Title Terms: JOINT; PREPARATION; ULTRAVIOLET; ANAEROBIC; CURE;
COMPOSITION;

COMPRISE; PREFER; ACRYLIC; ESTER; MONOMER; ULTRAVIOLET; FREE;
RADICAL;
INITIATE

Derwent Class: A12; A25; A35; A81; G03; Q65; Q68

International Patent Class (Additional): C08F-002/48; C08F-020/20;

C08F-283/00; C08K-003/18; C08K-005/07; C08L-033/08; C09J-003/16;

C09J-005/04; C09K-003/10; F16J-015/06; F16T-000/00

File Segment: CPI; EngPI

Manual Codes (CPI/A-N): A04-A03; A04-B09; A12-A05B; A12-R08; G03-B02D;
G03-B02D1; G04-B02

Plasdoc Codes (KS): 0030 0034 0036 0206 0207 0209 0224 0231 1297 3185
1758

2014 2016 2020 2021 2022 2025 2028 2033 2066 2068 2072 2194 2198 2300
2432 2439 2488 2493 2572 2682 3260 2728 1170 1233 2076 2079 2092 3152
0502 0600 1172 1235 2099 2102 2115 2122 0412 0503 0601 1173 1236 2123

Polymer Fragment Codes (PF):

001 013 04- 062 063 086 130 133 135 137 150 209 231 240 250 264 266
267

271 273 294 298 31- 341 347 348 350 353 357 359 431 438 44& 446
47&

473 477 48- 50& 532 536 546 58- 609 681 688 691 723 724

002 013 034 04- 062 063 074 077 081 085 086 130 133 135 137 150 209
231

240 250 264 266 267 27& 271 273 294 298 31- 341 348 350 353 357
359

431 438 44& 446 47& 473 477 48- 50& 532 536 546 58- 59& 609 679
681

691 723 724

003 013 034 04- 062 063 074 075 076 077 081 085 086 130 133 135 137
150

209 231 240 250 264 266 267 271 273 28& 294 298 31- 341 348 350
353

357 359 431 438 44& 446 47& 473 477 48- 50& 532 536 546 58- 59&
609

679 681 691 723 724

?

3/9/1

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI

(c) 2006 The Thomson Corp. All rts. reserv.

009468934 **Image available**

WPI Acc No: 1993-162473/199320

XRAM Acc No: C93-072005

XRPX Acc No: N93-124560

Glucose detecting device for measurement of glucose intensity -
comprises

working electrode of conductive base formed by supporting electron
moving

anchored silicon compsn. and glucose oxidase contg. carbon@ paste,
etc.

Patent Assignee: TERUMO CORP (TERU)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 5093707	A	19930416	JP 9166200	A	19910329	199320 B
JP 3032593	B2	20000417	JP 9166200	A	19910329	200024

Priority Applications (No Type Date): JP 9166200 A 19910329

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
-----------	------	-----	----	----------	--------------

JP 5093707	A		9	G01N-027/416	
------------	---	--	---	--------------	--

JP 3032593	B2		9	G01N-027/416	Previous Publ. patent JP 5093707
------------	----	--	---	--------------	----------------------------------

Abstract (Basic): JP 5093707 A

A working electrode comprises a conductive base formed by
supporting electron moving medium-anchored silicon compsn.-, and
glucose oxidase-contg. carbon paste. The working electrode and a
reference electrode are soaked in a specimen flowed at a
predetermined
rate. A predetermined voltage is applied across the working
electrode
and the reference electrode. A current flowed across the electrodes
is
measured. The glucose detecting device includes the conductive base
and
the carbon paste layer.

The electron moving medium pref. comprises ferrocene. The
silicon

compsn. pref. comprises ferrocene-modified siloxane copolymer.

USE/ADVANTAGE - For measuring the glucose intensity.

Controlling

the effective area of the carbon electrode and ferrocene intensity
in a
silicon copolymer improves response reproducibility, and response
rate.

The resulting glucose detecting device prolongs life. The use of an
enzyme sensor supporting polysiloxane formed by applying chemical
bond

to the carbon paste, enzyme, and ferrocene on the conductive base
provides enzyme detecting device measured by the flow system. The
flow

injection analysis provided by the method measures glucose
intensity

with good reproducibility and high sensitivity at real time.

Dwg. 1/9

Title Terms: GLUCOSE; DETECT; DEVICE; MEASURE; GLUCOSE; INTENSITY;
COMPRISE

; WORK; ELECTRODE; CONDUCTING; BASE; FORMING; SUPPORT; ELECTRON;
MOVE;

ANCHOR; SILICON; COMPOSITION; GLUCOSE; OXIDASE; CONTAIN; CARBON;
PASTE

Derwent Class: A89; B04; D16; J04; S03

International Patent Class (Main): G01N-027/416

International Patent Class (Additional): C12Q-001/00; C12Q-001/26;
C12Q-001/54; G01N-027/28; G01N-027/327

File Segment: CPI; EPI

Manual Codes (CPI/A-N): A06-A00E2; A10-E22; A12-E13; A12-E14; B04-
B02C2;

B04-C03D; B05-A03A; B10-A07; B11-C08B; B12-K04; D05-H09; J04-B01
Manual Codes (EPI/S-X): S03-E03C

Plasdoc Codes (KS): 0004 0107 0231 1306 2001 2551 2739

Polymer Fragment Codes (PF):

001 014 038 04- 05- 07- 09& 229 230 231 24- 38- 506 509 60- 623 627

Chemical Fragment Codes (M1):

01 A426 A923 A970 B414 B712 B720 B742 B796 B799 B833 G030 G039 G551
G599 M1 M126 M144 M210 M211 M250 M283 M320 M411 M423 M424 M510

M520

M530 M542 M740 M903 M904 P831 Q120 Q435 Q505 V743 9320-18501-U

03 M423 M781 M903 P831 Q233 Q435 V802 V811

Chemical Fragment Codes (M2):

02 H4 H405 H484 H8 J4 J471 K0 L8 L814 L821 L831 M280 M315 M321 M332
M344 M349 M381 M391 M416 M620 M750 M903 M904 M910 N102 Q233 Q435
R00038-A

Chemical Fragment Codes (M6):

04 M903 P831 Q120 Q233 Q435 R501 R512 R515 R521 R528 R530 R614 R624
R639

Derwent Registry Numbers: 0038-U

Specific Compound Numbers: R00038-A

Generic Compound Numbers: 9320-18501-U

?

⑪ 特許公報(B2)

平3-32593

⑫ Int. Cl.⁹

C 09 K 3/10
C 09 J 5/00
F 16 J 15/10

識別記号

JGV

庁内整理番号

Z 7043-4H
7921-4J
F 7233-3J

⑬公告 平成3年(1991)5月13日

発明の数 2 (全10頁)

⑭発明の名称 ガasketの形成方法及びそれに用いる組成物

⑮特 願 昭56-202355

⑯公 開 昭58-104976

⑰出 願 昭56(1981)12月15日

⑱昭58(1983)6月22日

⑲発 明 者 バーナード・ジェイ・アメリカ合衆国オハイオ州ソロン・ウツズデイル・レーン
ボルガー 32505
⑳発 明 者 フランシス・アール・アイルランド共和国ダブリン・テンブレオーグ・テンブレ
マーチン オーク・ハウス・エステイト69
㉑出 願 人 ロクタイト・コーポレ アメリカ合衆国06111コネチカット州ニューイングトン・
ーション ノース・マウンテン・ロード705
㉒代 理 人 弁理士 押田 良久
審 査 官 平 山 孝 二

1

2

㉓特許請求の範囲

1 (a) 密着させる2つの界面の少なくとも一方に、

i アクリレートまたはメタクリレートエステル単量体；

ii 組成物の0.1~10重量%の紫外線硬化剤；

iii 0.1~10重量%のペルオキシ化合物；
を含有する紫外線硬化性液体の層を塗布、形成させ、

(b) その層を、有効量の紫外線放射により部分的に硬化させて、ゲル様稠度の粘着面を形成させ、

(c) その部分硬化した層を、他の密着させる界面と接合し、

(d) 上記液状表面層をさらに嫌氣的に硬化させて、それにより一体に接合した界面を密封する工程から成るガasketの形成方法。

2 紫外線硬化性液体が重合性アクリレートエステル単量体を含有する組成物である特許請求の範囲第1項に記載の方法。

3 単量体が、2-ヒドロキシアシルメタクリレートと線状2官能イソシアネートを末端基とするポリエーテルプレポリマーとの反応生成物である特許請求の範囲第2項に記載の方法。

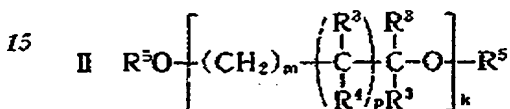
4 単量体が、次式



(ここに、Xは-O-あるいは-NR'-であり、R'はHあるいは1ないし7個の炭素原子の

5 低級アルキルより成る群から選択され、AはCH₂=CR²・CO・O-であり、R²はHあるいはCH₃であり、nは2から6まで含む整数であり、またBは多価の置換あるいは不置換アルキル、アルケニル、シクロアルキル、アリール、アラールキル、アルキルオキシ-アルキレン、アリルオキシ-アリレンあるいは複素環式基である。) で表わされる特許請求の範囲第2項に記載の方法。

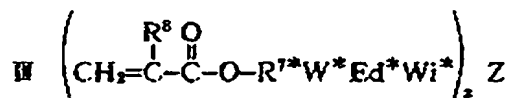
6 単量体が、下記一般式



(ここに、R²はH、C₁₋₄のアルキルあるいはヒドロキシアシルあるいはR²OCH₂-であり、R³はH、ハロゲンあるいはC₁₋₄のアルキルであり、R⁴はH、OHあるいはR⁵O-であり、R⁵はCH₂=CR⁶C=O-であり、mは整数、kは整数、であり、またpは0あるいは1である。) または

3

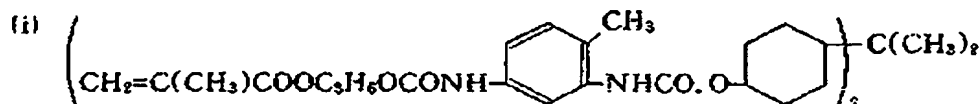
4



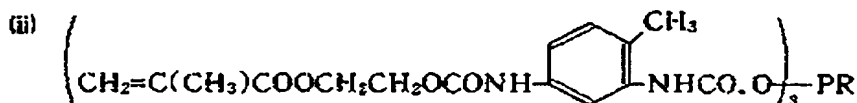
【ここに、R⁸は水素（ガス）、塩素（ガス）、
およびメチル基ならびにエチル基から選択され、
R⁷は1ないし8炭素原子の低級アルキレン、フ
エニレン、およびナフチレンより成る群から選択
される2価の有機基であり、Wはポリイソシアネ
ート基であり、Eは芳香族、複素環式あるいは脂
環式ポリオールあるいはポリアミン基であり、d
は1あるいは0であり、iはdが0のとき0であ*

り、また他の場合Eの反応性水素原子の数より1
小さい数に等しい。またZは(i)重合性あるいは共
重合性グラフトアルキレンエーテルピロール基、
または(ii)重合性あるいは共重合性メチレンエー
テルピロール基であり、zはZの原子価に等しい整
数であり、ここに星印がウレタン（-NH-CO-
O-）あるいはウレイド（-NH-CO-NH-
）結合である。】で表わされる特許請求の範囲
第2項に記載の方法。

6 重合性アクリレートエステル単量体が、次の
2式のいずれかを有する特許請求の範囲第2項に
記載の方法。



あるいは



（ここに、PRはプロピレントリオールオリゴ
マー残基を示す。）

7 ベルオキシ化合物が、約0.1重量%ないし約
10重量%の濃度で存在する有機ヒドロペルオキシ
ドである特許請求の範囲第1項に記載の方法。

8 ベルオキシ化合物が、約0.1ないし約10重量
%の濃度で存在する過酸エステルである特許請求
の範囲第1項に記載の方法。

9 紫外線硬化剤が、(a)、(b)および(c)から成る種
類から選択され、ここに、(a)はC₁~C₆アルキル
ジオンであり、(b)は式Mx(CO)_y（ここに、M
は金属原子であり、またyは金属原子の全原子価
によって決定される整数である。）の金属カルボ
ニルであつて、また(c)は一般式R⁹(CO)R¹⁰（こ
ここに、R⁹は約10炭素原子まで含むアルキル、ア
リール、アラルキルあるいはアルカリル基であ
り、またR⁹はR¹⁰あるいは水素であり、またはR⁹
とR¹⁰がカルボニル基と一緒になつて約16個以下
の炭素原子を含む芳香族あるいは複素環式ケトン
を形成する。）のカルボニル化合物である特許請
求の範囲第2項に記載の方法。

10 紫外線硬化剤が、約0.1ないし約10重量%
の濃度で存在し、かつアセトフェノン、ベンゾフ

エノンおよび1-および2-アセトナフトンから
成る群から選択される特許請求の範囲第2項に記
載の方法。

11 紫外線硬化性液体が、フリーラジカル重合
促進剤を任意に含む特許請求の範囲第2項に記載
の方法。

12 促進剤が、複素環式リングを水素化した複
素環式第二アミン類、N、N-ジアルキルアリー
ルアミン類および置換基が1ないし4炭素原子の
低級アルキル基より成る群から選択されるN、N-
ジアルキル置換アリールアミン類より成る群から
選択されるアミンであつて、上記置換基の数は、
この置換基の一つがオルト位置にあるとき、
少なくとも2である特許請求の範囲第1項に記載
の方法。

13 促進剤が有機スルフィミドである特許請求
の範囲第1項に記載の方法。

14 上記スルフィミドが安息香酸スルフィミド
である特許請求の範囲第13項に記載の方法。

15 紫外線硬化性液体が、ベンゾキノン類、ナ
フトキノン類、フェナントラキノン類、アントラ
キノン類およびそれらのいずれかの置換化合物よ
り成る群から選択される禁止剤を任意に含有する

5

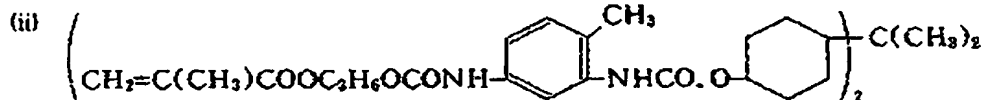
6

特許請求の範囲第2項に記載の方法。

16 (a) 次式のうちの一つ以上によつて代表される単量体、

(i) $(A-X-CO \cdot NH)_n \cdot B$

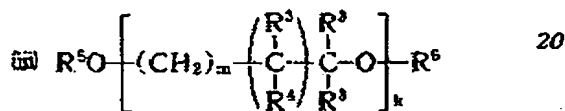
(ここに、Xは-O-あるいは-N(R')₅であり、R'はHあるいは1ないし4炭素原子の低級アルキルであり、AはCH₂=*



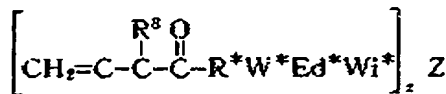
あるいは



(ここに、PRはプロピレントリオールオゴマー残基を表わす。) あるいは



(ここに、R²はH、C₁₋₄のアルキルあるいはヒドロキシアルキルあるいはR⁵OCH₂であり、R⁶はH、ハロゲンあるいはC₁₋₄のアルキルであり、R⁴はH、OHあるいはR⁵Oであり、R³はCH₂=C(R⁶)C(=O)であり、mは整数、好ましくは1ないし8の整数であり、kは整数、好ましくは1ないし20の整数であり、また、pは0あるいは1である。) または、



[ここに、R²は水素、塩素、およびメチルおよびエチル基からなる種類から選択され、R⁷は1ないし8炭素原子の低級アルキレン、フェニレン、およびナフチレンよりなる群から選択される2価の有機基であり、Wはポリイソシアネート基であり、Eは芳香族、複素環式あるいは脂環式ポリオールあるいはポリアミン基、好ましくはジオールおよびさらに好ましくは脂環式化合物のジオール

* CR²・CO・O-であつて、R²はHあるいはCH₂であり、nは2ないし6を含む整数である。また、Bは多価置換あるいは不置換アルキル、アルケニル、シクロアルキル、アリール、アラルキル、アルキルオキシアルキレン、アリルオキシアリレンあるいは複素環式基である。) あるいは

であり、dは1あるいは0であり、iはdが0のとき0であり、さもなければ、Eの反応性水素原子の数より1少ない数に等しく、また、Zは(i)重合性あるいは共重合性グラフトアルキレンエーテルポリオール基、あるいは(ii)重合性あるいは共重合性メチレンエーテルピロール基であり、zはZの原子価に等しい整数であり、星印はウレタン(-NH-CO-O-)あるいはウレイド(-NH-CO-NH-)結合である。]

(b) 組成物に基づいて0.1~10重量%の紫外線硬化剤

(c) 0.1~10重量%の濃度のペルオキシ化合物

30 (d) 0.1~10重量%のスルフィド類とアミン類から選択されるフリーラジカル重合促進剤、および

(e) 10~1000ppmのキノン系禁止剤から成る紫外線放射にさらすことによつて少なくとも部分的に硬化可能で、かつ嫌氣的に硬化しうるガスケット組成物。

17 紫外線硬化剤が、(a)、(b)および(c)からなり、ここに(a)はC₁~C₆アルキルジオンであり、(b)は式Mx(CO)_y(式中のMは金属原子、xは1あるいは2であり、またyは金属原子の全原子価によつて決定される整数である。)の金属カルボニルであり、(c)は一般式R⁹(CO)R¹⁰(式中のR⁹は炭素原子数約10以下のアルキル、アリール、アラルキルあるいはアルカリ基であり、またR¹⁰

はR¹⁶あるいは水素であり、またR⁹とR¹³とがカルボニル基と一緒になつて約16個以下の炭素原子を含有する芳香族あるいは複素環式ケトンを形成する。) から成る群から選択される特許請求の範囲第16項に記載の組方法。

18 紫外線硬化剤がアセトフェノン、ベンゾフェノン、および1-および2-アセトナフ톤の種類から選択される特許請求の範囲第17項に記載の重合性組成物。

19 紫外線硬化性液体が促進剤を任意に含有する、特許請求の範囲第17項に記載の組成物。

20 フリーラジカル重合促進剤が、複素環式リングを水素化した複素環式第二アミン類、N、N-ジアルキルアリルアミン類および置換基が1ないし4炭素原子の低級アルキル基からなる群から選択されるN、N-ジアルキル置換アリルアミン類から選択され、上記置換基の数は、この置換基がオルト位置にあるとき少なくとも2である特許請求の範囲第16項に記載の組成物。

21 フリーラジカル重合促進剤が、有機スルフィミドである特許請求の範囲第17項に記載の組成物。

22 上記スルフィミドが安息香酸スルフィミドである特許請求の範囲第21項に記載の組成物。

23 紫外線硬化性液体がベンゾキノロン類、ナフトキノロン類、フェナントラキノロン類、アントラキノロン類およびそれらいずれかの置換化合物からなる群からの選択される禁止剤を含有する特許請求の範囲第17項に記載の組成物。

24 ペルオキシ化合物が有機ヒドロペルオキシドである特許請求の範囲第17項に記載の組成物。

25 ペルオキシ化合物が過酸エステルである特許請求の範囲第17項に記載の組成物。

発明の詳細な説明

本発明はガスケットの形成方法及びそれに用いる組成物に関するものである。

化学接着剤およびシーラントでの金属と他の部品との組立および密封は、近代工業における重要な生産および保守工具となつた。現在関心をもちあはれる一つの分野は、化学ガスケットによる合わせ面結合および密封である。

ガスケットは、比較的硬性材料の複数成分の一対の合わせ面、通常フランジの界面の間に置くこ

とを目的とする比較的軟性材料の密封部材であり、このためそれら成分の間の継目を耐密性にするることによつてそれら成分の結合を助けている。この接縫部は、若干の力と共に継目の両面を押圧しこれらの面に対してガスケットをなじませることによつて行なわれる。大抵のガスケットは、紙、コルク、ゴムあるいは他の各種の繊維配合品のような微層材料から切断され、かつ付着しない。

今日工業界において使用されるフランジの型式がかなりの数に上るので、入手可能にする必要のある既製のガスケットの異なる型式の数は、まことに莫大なものとなる。

これら従来のガスケットで一般に当面する問題は、ガスケット材料の弛緩、この材料の歪曲、簡単な収縮による引裂であり、それらのすべてがその構造体をしてガスケット材料自体あるいはフランジの界面のいずれかを介して漏洩させる恐れがある。

近年液体ガスケットの使用は、便利な特徴、信頼性のある性能および既製ガスケットの各種の型式および形状の大きい在庫を保持する必要の解消のため増大した。この液体ガスケットは、しばしば継目の両面を合わせる前にそれらの面の片方あるいは両方へチューブからペーストあるいは高粘性グリースとして塗布される。

今日の工業界では2つの主要型式の液体ガスケットが使用されている。第一型式の液体ガスケットは、不硬化性でありかつ溶液からの溶媒の蒸発によつてフランジへの重合体の沈積に依存している。2つのフランジを合わせるときに密封部が簡単に形成される。このガスケットを塗布するとき、化学反応よりもむしろ物理的分離が発生する。この型式の液体ガスケットは、高湿、水の浸透および化学剤に対する不十分な抵抗性および連続振動に耐えられないことが欠陥である。

第二型式の液体ガスケットは硬化ガスケットである。化学反応が発生して液体状態から固体架橋高耐熱性熱硬化プラスチック物質へ塗布材料を変化する。通常これらの製品は、溶媒を含まずかつ増粘性ペーストあるいはゲルとしてフランジへ塗布され、したがつてそれらのペーストあるいはゲルが化学反応によつて固形熱硬化材料になるまで硬化する。最も普通に使用される2つの硬化型式

液体ガスケットは、シリコーンRVT製品と嫌気性製品である。シリコーン製品は、化学架橋反応を開始するため水分に左右される。

嫌気性接着剤は、一般に酸素の存在によつて抑制される種類の接着剤と考えられまた固体熱硬化材料へのその重合が酸素の排除によつて、たとえばその嫌気性配合物が隣接する非孔質面の間にとじ込められるとき、自然的に進行させられる。

嫌気性組成物に使用される樹脂単量体は、一般にモノおよびポリアクリル酸エステルおよびその誘導体であり、その場合このエステルの非アクリレート部分が通常重合反応に対する潜在反応部位として役に立つ活性群を含んでいる。重合は、ペルオキシフリーラジカル開始剤によつて生成反応させるフリーラジカル開始によつて発生する。フリーラジカル重合開始剤は、当業者に公知でありかつ広範囲の有機および無機化合物を包含し、それらのすべては、単量体に存在するとき、同様な能力で働く。アクリレートエステルおよび適当なペルオキシあるいは過酸エステル開始剤から成る組成物は、上述の嫌気性硬化特性を強化する。嫌気性硬化ガスケット材料は、既に当業者に公知でありかつ米国特許第3547851号と第3625875号明細書に詳しく記載されている。これらの嫌気性ガスケット材料は、合わせ面の間の大きい間隙によつて硬化を行なわず、またスペーサとしての働きもできない。それら材料は、一度フランジへ塗布されると材料を損傷することなしに保管のため容易に剥がすことができない。したがつてそれらの材料は、本発明におけるように改良および追加の働きを行なうことができない。

各種の促進剤、禁止剤（または抑制剤）、プライマおよび樹脂系は、通常嫌気性系に使用され、各種の応用可能性を提供する。これらの系の硬化速度は、主として環境、接着剤組成物および接着性の型式の関数である。硬化中の温度上昇は、通常さらに重合を促進する一方、温度降下によつて逆のことが言える。これらの嫌気性型式の組成物は、米国特許第2895950号、米国特許第3218305号、米国特許第3425988号明細書その他に詳しく説明されている。

前述のように、このシリコーン製品は、硬化反応を開始するため大気中の湿気に左右される。ガスケットにシリコーン製品を用いる重大な問題は、

大気からの湿気が短かい横方向の距離に対して狭い間隙しか浸透できないという事実のために、広いフランジを横断して液体が完全に硬化しないことである。これと異なり、一度塗布されたシリコーンは、フランジの両面を共に締め付ける前に、大気中の湿気に対して露出して硬化させることができるが、しかしこれにはかなりの時間を要し、したがつて1〜2時間の時間をしばしば必要としてから適宜硬化されかつ部品を組み立てることができる。したがつてシリコーンの使用は、部品を組み立てている間かなりの時間を必要としかつ適当な密封をしたかどうかを測定するようにその構造体を試験することができる。シリコーンは、湿気に対するその感度のために塗布がしばしば困難であり、したがつて通常コーキングあるいはトレーサによつて布する必要がある、それらが高速の生産ラインで操作するのに困難なものである。

嫌気性組成物が液体製品の硬化を促進するようにこの組成物からの酸素を排除して使用することが当業者に十分公知である。これらの製品において硬化を開始するフリーラジカルの発生が時によるとレドックス型式反応に関係するから、それらの製品は、これと接触する金属表面の型式にしたがつて各種の速度で硬化する。いかなるガスケット作業においても密封が形成される速度の作用効果は、（若しあれば）使用される金属の型式、表面のアラサ、温度にあるいは促進剤を含むかあるいは含まないかにより大きく左右される。金属表面が硬化の開始に役割を演ずるから、硬化が進行する速度は、或る程度材料の嫌気性フィルムの厚さに関係する。したがつてそれらの製品は、約0.25mm以上大きい間隙になると容易に硬化しない。嫌気性組成物で接合すべき部品間の大きい間隙は、この組成物を曝射し、特に硬化を抑制する空気（酸素）へその接着剤層部分を曝らす。かくて十分大きい間隙は、酸素抑制と金属表面開始欠落の2重作用を蒙る。0.25mm以上の間隙を介して硬化できかつガスケットの密封と接着機能を適宜働かす嫌気性ガスケットにとつて常に需要がある。

多くのガスケットの用途は、ガスケットをスペーサとして働かせることを要求する。この特徴は、縫目で構成される圧縮作用を考慮させる。現在では従来の化学的液体ガスケットは、硬化しな

い状態で圧縮作用に抵抗できない。

上述のように、従来の嫌気性ガスケットは、大きい間隙（約0.25mm以上）で完全に硬化できずまたスペーサとして働くことができないものが多い。本発明の目的は、ほぼ任意のフランジ形状と寸法とに対し高速生産ラインによつて使用されるフランジで現場に保管できるガスケットを形成するための方法を提供することによつて上述のような従来の液体ガスケットの使用に関する重要な進歩を提供することにある。この方法は、フランジに対して十分強力に接着して貯蔵と取扱い中損傷しないが、しかし必要に応じて取外すことのできるガスケットを提供できる。

したがつて本発明は接合すべき複数の表面の少なくとも一つに対して紫外線硬化性液体組成物の層を塗布しかつ適当な放射を曝らすことによつてこの層をして部分的に硬化させることから成るガスケット形成方法を提供する。接合すべき表面が甚だあらくなければこの方法が適当なガスケットをつくるから、接合すべき両表面の一方の面だけこの組成物層を塗布するのが好ましい。

本発明は、上述の方法によつて形成されるガスケットを支持する接合あるいは結合可能表面をもつ機械工学的な成分をも提供する。さらに本発明は、成分の少なくとも一つが上述のようにガスケットを支持する結合対の成分を提供し、上述の方法によつて形成されるガスケットを含む結合対の成分をも提供する。

工場生産の条件で本発明による方法を実際する際に、スクリーン印刷法によるような公知の高速技術によつて接合可能表面に対してこの組成物層を塗布するのが好ましい。これが行なわれる場合、紫外光線での照射は、好ましくは散乱紫外光線がスクリーン印刷装置およびそのまわりの未使用組成物を偶然に影響できない別の位置において行なわれる。

当業者では紫外線硬化開始は、この紫外光線が紫外線感光材料に照射され続けられている間だけ継続することが公知である。一旦この紫外線を照射しないと、紫外線重合は、直ちに停止する。本組成物の特徴は、空気（酸素）から隔離して閉じ込める場合、すなわち結合可能な表面の間にある場合のように、ガスケット組成物が受ける紫外線硬化量を調整する一つの方法は、紫外線放射およ

び上記放射に対する露光時間を調節することによるににある。したがつて紫外線重合の量を制御する一つの方法は、このようなものである。多数の紫外線硬化作用（硬化度）は、軟度、ゲル様材料から一層硬い（したがつて一層硬化した）材料までの範囲にして達成でき、その表面が任意の範囲に粘着性あるいはグリース状にされる。“粘着性”とは、表面が手の感触に対して粘性を示すものとを意味する。したがつて指先で接触するとき、この材料が指へ十分粘着し、指（あるいは物体）を離すとき糸を引くようになる。“グリース状”とは、表面に湿潤感触がありかつ“グリース状”外観を呈することを意味する。

一つの極端な状態は、この組成物に十分紫外線放射を受けさせ引き締まっているかあるいは硬いがしかし可撓性のある材料になるように硬化することができる。上述のように、この種の硬化は、スペーサとして使用されしたがつてこの組成物がそれらの間に置かれる結合部分によつて加えられる圧縮力に耐えることができる。これと異なり、別の極端な状態は、この組成物を僅かだけ照射し、その結果軟性でゲル状稠度になり、十分引き締らないが圧縮力に耐え、しかも十分硬化しても外されかつ換傷しないで保管できる。“ゲル様”とは、ゼラチンの稠度あるいは外観を意味するものである。

適当に照射をして引き締めた内部および粘着性の外側部あるいは表面をもつ部分硬化組成物をつくることができる。實際上、通常これは好ましい作用である。さらに粘着性表面は、二つの合わせ面の間に置かれる場合のように空気（酸素）から隔離して閉じ込めるとき、嫌気的に硬化し、したがつて表面をともに密封する。

理解されるように、初期の部分紫外線硬化から得られる多数の作用組合わせがあり、それらを特定の用途に合わせることができる。

本発明の方法を実施するのに使用できる液体組成物が広汎に規定されており、さらにそれらの組成物がすべて、主要あるいは重合性1成分のように、アクリレート、好ましくは分子においてメタクリレートを末端基とする部分をもつ少なくとも一つの単量体（低重合体を含むように置われる当業界に普通の従来の意味において）から成ることを特徴とする。特別効用について言えば接着性単

13

量体としてジおよび他のポリアクリレートエステルが重合性能である。なぜならばそれらは、架橋重合体をつくることができるので、一層著しく好ましい構造特性をもつからである。しかしながら、モノアクリレートは、特にこのエステルの非アクリレート部分がヒドロキシルあるいはアミノ基、あるいは潜在的架橋に対する部位として役に立つ他の反応性置換基を含む場所、使用できる。この形式の単量体の例は、ヒドロオキシエチルメタクリレート、ヒドロオキシプロピルメタクリレート、シアノエチルアクリレート、γ-ブチルアミノエチルメタクリレート、グリシジルメタクリレート、シクロヘキシルアクリレートおよびフルフリルアクリレートである。当該技術分野で公知のキノンタイプの禁止剤（または抑制剤）は、各種のスルフィアミドあるいはアミン促進剤およびベルオキシ化合物とともに本組成物に使用できる。その組成物は、通常公知の増粘剤を含み、また任意に形成ガスケットの塑性剤を含んでいる。ベルオキシ型式の開始剤（本明細書では過酸エステル化合物を含むように定義する）の濃度は、一般にこの組成物の重量で約0.1%ないし約10%である。以後“重量で”とは組成物の重量に基づくものである。好ましい範囲は、この組成物の約5重量%以下、最も好ましい範囲は0.2と3重量%との間である。促進剤は、一般にこの組成物の10重量%より少ない濃度で使用され、約0.1重量%以上の範囲で良好な結果が得られる。しかし好ましい範囲は、0.1ないし0.75重量%である。キノン抑制剤の量は、添加される促進剤の量と共に変化する。この抑制剤に対する有効な範囲は、100万部当り10部（10ppm）ないし100万部当り1000部（1000ppm）の間にあり、促進剤量が0.1から1重量%まで増加するにつれて好ましい範囲が100万部当り200ないし600部となっている。増粘剤および塑性剤の量は、所望の性質にしたがつて*

14

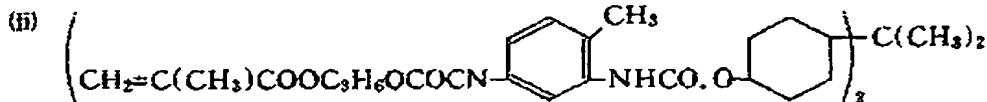
*変更しかつ当業者によつて容易に決定することができる。いかなる場合にも、この組成物は、嫌気性重合を開始するため少なくとも一つのフリーラジカル形成重合開始剤または開始系、およびベル

5 オキシフリーラジカル開始剤を含み、前記系は、紫外線照射のときのみ十分なフリーラジカルをつくり、単量体のすみやかな部分重合を始動する意味において、紫外線に対する露光によつて活性化可能である。

10 本発明の方法において使用するのに適当な単量体は、下記式(i), (ii), (iii)のうちの少くとも一つである。

(i) $(A-X-CO \cdot NH)_n \cdot B$

〔(ここに、XがOあるいは $-NR'$ で、R'はHあるいは1-4炭素原子の低級アルキルであり、Aが $CH_2=CR^2 \cdot CO \cdot O-$ であり、R²がHあるいは CH_3 であり、nが2から6までを含む整数であり、またBが多価の置換された、あるいは置換されないアルキル、アルケニル、シクロアルキル、アリール、アラルキル、アルキルオキシアルキレン、アリルオキシアリレンあるいは複素環式基、である。)たとえばこの種の単量体の一つの群では、nが2であり、XがOであつて、R²が CH_3 であり、またBがアルコキシアルキレン（ポリエーテル）基である。この群のそれぞれは、2-ヒドロキシエチルメタクリレートの反応生成物および選択された2官能線状イソシアネートを末端基とするポリエーテルプレポリマーである。好ましい2官能プレポリマーは、米国イリノイ州60611シカゴ、ミシガン、アベニュー、400エヌのワイトコ、ケミカル社によつて商標“Customer E-002”で市販されている。この物質は、2-ヒドロキシエチルメタクリレートと反応し、以後単量体Cと称される上記群の好ましい物質を与える。〕



あるいは

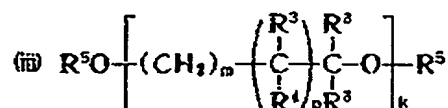
15

16

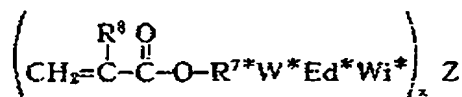


(PRがプロピレントリオールオリゴマー残基を示す。)

一般に



〔(ここに、 R^3 がH、 C_{1-4} のアルキルあるいはヒドロキシルアルキルあるいは R^5OCH_2- であり、 R^4 がH、ハロゲンあるいは C_{1-4} のアルキルであり、 R^5 がH、OHあるいは R^5O であり、 R^5 が $\text{CH}_2=\text{C}(\text{R}^6)\text{C}(=\text{O})-$ であり、 m が好ましくは1ないし8の整数であり、 k が好ましくは1ないし20の整数であり、また p が0あるいは1である。)その若干の単量体の例は、数個を挙げるとジエチレングリコールジメタクリレート、ジプロピレングリコールジメタクリレート、ジグリセロールテトラメタクリレート、トリメチルプロポントリアクリレートである。〕あるいは



(ここに R^6 が水素、塩素、およびメチルとエチル基から成る種類(Class)から選択され、 R^7 が1-8の炭素原子の低級アルキレン、フェニレン、ナフチレンより成る群から選択される2個の有機基であり、 W はポリイソシアネート基であり、 E が芳香族、複素環式あるいは脂環式ポリオールあるいはポリアミン基、好ましくはジオール、およびより好ましくは脂環式化合物のジオールであり、 d が1あるいは0であり、 i は d が0のとき0であり、他の場合 E の反応性水素原子の数より1少ない数に等しく、 Z がii重合性あるいは共重合性グラフトアルキレンエーテルポリオール基、あるいはiii重合性あるいは共重合性メチレンエーテルピロール基であり、 z が Z の原子価に等しい整数であり、星印がウレタン($-\text{NH}-\text{CO}-\text{O}-$)あるいはウレイド($-\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}-$)結合である。)

本発明の組成物は、紫外線硬化剤をも含んでいる。これらの紫外線硬化剤は、一般にこの組成物の約0.1ないし10重量%の濃度にして使用される。この硬化剤は、(a)、(b)および(c)からなり、ここに(a)は $\text{C}_1 \sim \text{C}_6$ アルキルジオンであり、(b)は式 $\text{Mx}(\text{CO})_y$ (式中の M は金属原子、 x は1あるいは2であり、また y は金属原子の全原子価によつて決定される整数である。) (c)は一般式 $\text{R}^7(\text{CO})\text{R}^8$ (式中の R^7 は炭素原子数約10以下のアルキル、アリール、アラルキルあるいはアルカリ基であり、また R^8 は R^7 あるいは水素であり、また R^7 および R^8 はカルボニル基と一緒になつて16個以下の炭素原子を含む芳香族あるいは複素環式ケトン形成する。)であり、その場合ケトン炭素原子が芳香族あるいは複素環式リング系の部分を形成する。好ましい紫外線硬化剤は、アセトフェノン、ベンゾフェノンおよび1-および2-アセトナフトンである。他のものは、2, 3-ブタジオン、2, 4-ジメチル-3-ペンタノン、1-および2-ナフトアルデヒド、 p -フェニルアセトフェノン、 n -プロピオノフェノン、フルオレン-9-ワン、クサンテン-9-ワンおよび4, 4'-ビス-ジメチルアミノベンゾフェノンである。好ましい金属カルボニルは、 $\text{Mn}_2(\text{CO})_{10}$ 、 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ および $\text{Re}_2(\text{CO})_{10}$ である。他のものは、 $\text{Cr}(\text{CO})_6$ 、 $\text{Co}_2(\text{CO})_8$ 、 $\text{Ni}(\text{CO})_4$ および $\text{Mo}(\text{CO})_6$ である。

さらに、本明細書で開示された以外の紫外線照射重合開始性液体樹脂は、本発明において使用できる。ガasketが部分硬化の後に適当な厚さをもつためにしきしながら、この液体組成物が塗布されるいはたるみなく表面で所望の厚さへ塗布することができるのが望ましく、このため所定の塗布に対する或る最小粘性を意味する。同様にこの組成物を塗布するためスクリーン印刷のような特殊技術の使用は、最大作業粘性を意味し、この粘性を越えてはこの技術が使用するのが受け入れることができないように困難となる。これらの粘性限界は、いずれの場合にも当業者によつて試行錯誤に容易に見出すことができる。

使用に当たって、本発明によるガスケット組成物は、チューブから絞り出してステンシル技術、コーキングガンあるいはスクリーン印刷によつて企図した接合構造のフランジ対の一方の部材へ必要なガスケット厚さによつて予じめ決定される厚さになるまで塗布される。その好ましい方法は、ステンシルおよびスクリーン印刷のように自動化技術であり、スクリーン印刷が最も好ましいものとされている。塗布済み部品は、硬化ステーションまで搬送され、そこで塗布済み材料が適当な紫外線量で照射される。硬化は通常10秒ないし3分経過して行なわれる。今やこのガスケットは、十分な弾性および塑性変形性を備え塗布済み部品が結合すべき部品対の他方の部材と合わせられるとき良好な密封を行なう固体熱硬化材料となる。接合組立は、必要に応じて、後刻および別の個所で行なうことができ、塗布部品が当分は貯蔵されている。

本発明は、例としてののみ示される特定の実施例の以下に行なわれる説明から詳細に理解できる。第1例ないし第3例は、ガスケット材料の紫外線に関する技術分野を示すだけの目的である。第4例は、嫌気性特徴のみを使用するガスケット材料が合わせ面の間の大きい間隙に通じないことを示している。第5例は、このガスケット配合がさらに嫌気性的に硬化する前に紫外線によつて初め部分的に硬化されるとき、間隙充填性を改良することを証明している。さらに第6例が本発明の独特の有効性を証明している。

第1例

単量体C(上述のような)の87.40部、テトラエチレングリコールジ(ジエチルヘキソニート)の9.70部、ベンソインイソブチルエーテルの0.96部およびクメンヒドロペルオキシドの1.94部は、それらの成分を共に配合することによつてつくられ、均一な組成物を生じた。この組成物の厚い(2~4mm)ビードが平坦な面上に置かれた。このビードは、2分間フィリップのM₁₂-400ワットランプからの10000w/cm²の紫外線照射(ブラックレーモデルJ-221紫外線計により測定)が加えられた。

この処理後、ビードがその厚さを通して硬化されかつ可撓性を帯びた。この組成物は、ガスケット製造に適するものと判断した。

第2例

単量体Cの79部、テトラヒドロフルフリルメタクリレート(19.80部および2,2'-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノンの1.2部から配合された。この組成物は、一緒に配合され0.8mm厚さのビードがステンシルによつて不銹鋼油圧セルへ塗布された。この組成物は、3分間6000vw/cm²で照射された。

この油圧セルの鋼カバーは、それからガスケットの上へ置かれかつ275kg/cmのトルクを4本のボルトにかえてこれにより固着された。

このセルは、油圧油で充填されかつ約14kg/cm²(200psi)に増圧する油圧ポンプによつてかつ圧された、このガスケットは、約140kg/cm²(2000psi)の試験圧に耐えた。

第3例

ほぼ0.2mm(0.008inch)のメッシュ開口をもつポリエステル製の“シルク”スクリーンを使用して、第2例の組成物の0.5mm厚層が油圧セルのフランジへ塗布された。このスクリーンは、液体ガスケット材料がフランジの形状に対応するスクリーンの部分のみを通過するように不透質コーティングで予じめ印刷された。

このスクリーンが除去されかつこの液体材料は、5分間6000vw/cm²で照射された。この部分硬化材料は、粘着面で引きしまった。油圧セルの頂板は、硬化ガスケットの上へ置かれかつ300kg/cmのトルクを加えた4つのボルトによつて固着された。

圧力は、このガスケットが約147kg/cm²(2000psi)で漏洩を始めるまで約14.7kg/cm²(200psi)とびに油圧セルの内部へ加えられる。このガスケット材料は試験されかつフランジのまわりのガスケットの厚さが0.5から0.99mmまで変動することが判明した。これらの特性は、満足なガスケットとして受け入れ可能である。

第4例

以下の諸成分から配合された。

	重量部
単量体C	60.0
共重合体と反応性稀釈剤	30.0
促進剤	1.2
クメンヒドロペルオキシド	1.0
o-安息香酸スルフィド	1.8

19

2, 2'-ジメトキシ-2-

フェニルアセタフェノン 2.0

p-ベンゾキノ 0.022

キレータ 1.95

上記配合の1mm厚ビードが加圧セルのフランジへ載せられた。それからこのセルは、被覆されかつなら紫外線に露光されず締め付けられた。90時間後、この材料が有効な密封を形成できず、したがって試験されると油圧に耐えられなかった。これは紫外線と嫌気性硬化の組み合わせ系の必要な証拠である。既に述べてあるように、嫌気性硬化系は、その接着層部分が間隙のために受けるかなりの量の空気に露出するため大きい間隙を通して十分硬化しない。

第5例

第4例の配合を使用するビードは、開放フランジで5分間6000vw/cm²で紫外線照射された。このビードがグリース状と粘着面をもつゲル様稠度であった。それからフランジカバーが締め付けられ、したがってセルが急速に圧された。この密封は、漏洩する前に90kg/cm²に耐えた。

上述の例は、紫外線光分解による初期部分硬化に帰せられる本配合の改良した間隙充満性を証明している。第4例ではこの組成物が紫外線と嫌気両特性をもち、したがって紫外線でこの材料を先ず部分的に硬化せずには大きい間隙（すなわち0.5~1mm）を通して硬化しない。嫌気性組成物は、現在のところ、空気（酸素）によって安定化されるから間隙硬化能力において限定されることが当業者に公知である。密封すべき二つの部品の間の間隙が大きければ大きいほど、それだけ接着剤が接着層部分を通して受ける空気露出が多くなる。

20

第6例

単量体Cの75.53重量部、テトラヒドロフルフリルメタクリレート18.92重量部、2, 2'-ジメトキシ-2-フェニルアセタフェノンの1.11重量部、アクリル酸の2.22重量部およびガンマーグリシトキシプロピルトリメトキシランから成る配合、両方の接着促進剤は、均一な組成物を生ずるように共に配合された。

2つの別々にした矩形のガラス板（50mm×50mm×5mm）でこの組成物の0.5mm厚層が塗布された。この塗布済みガラス板は、それから1分間5000vw/cm²の強度で紫外線へ曝され、ガasket組成物を部分的に硬化した。

第1の1cm直径の鋼製円柱の片方の円形終端は、これら矩形ガラス板の一つにある部分硬化組成物層に対してしっかりと24時間押圧された。別の矩形ガラス板にある別の層は、第2の1cm直径鋼製円柱と同様に処理された。

24時間後、このガラス板から鋼柱を軸方向に引き離すに要する力が測定されかつ2つの接着によってそれぞれ約1.58kg（34ポンド）および約1.4kg（31ポンド）であることが判明した。鋼製円柱と上記組成物との間で即時の接着力が観察されなかったことを証明しなければならない。それらは、長時間放置されて十分嫌気性硬化を行ない、したがって大きい接着を発生しなければならない。

紫外線および嫌気性特性を含む諸工程の特異な組合わせが従来の予切断ガasketおよび液体ガasket問題を克服する点において改良方法でかつかなり価値のあるものであることが前記諸例から明らかである。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.